

УДК 539.25: 620.187

КОМПЛЕКСНОЕ ИСПОЛЬЗОВАНИЕ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ И ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ

И.Г. Григоров, С.В. Борисов, Н.А. Хлебников, Е.В. Поляков, Ю.Г. Зайнулин, Г.П. Швейкин

*Институт химии твердого тела УрО РАН,
620041, г. Екатеринбург, ГСП-145, ул. Первомайская, д.91
grigorov@ihim.uran.ru*

Статья поступила в редакцию 9 октября 2007 г.

Описана методика формирования трехмерного изображения в цифровой форме реального физического объекта, путем получения микрорельефа его поверхности методом растровой электронной микроскопии и коррекцией данных трехмерного преобразования методами сканирующей зондовой микроскопии.

Ключевые слова: растровая электронная микроскопия, сканирующая туннельная атомно-силовая зондовая микроскопия

Григоров Игорь Георгиевич – кандидат химических наук, ведущий научный сотрудник Института химии твердого тела УрО РАН.

Область научных интересов - физическое материаловедение, растровая электронная и зондовая микроскопия.

Автор 45 публикаций.

Зайнулин Юрий Галиулович – доктор химических наук, заместитель директора по научным вопросам Института химии твердого тела УрО РАН, заведующий лабораторией структурного и фазового анализа.

Область научных интересов - химия твердого тела и материаловедение.

Автор 217 публикаций.

Хлебников Николай Александрович – аспирант Института химии твердого тела УрО РАН.

Область научных интересов - зондовая микроскопия, гетерогенные сорбционные процессы.

Автор 9 публикаций.

Поляков Евгений Валентинович – доктор химических наук, заместитель директора по научным вопросам Института химии твердого тела УрО РАН, заведующий лабораторией физико-химических методов анализа.

Область научных интересов - химия твердого тела, гетерогенные сорбционные процессы.

Автор 110 публикаций.

Борисов Сергей Владимирович – кандидат химических наук, старший научный сотрудник Института химии твердого тела УрО РАН.

Область научных интересов - синтез фаз переменного состава в пленочном состоянии.

Автор 50 публикаций.

Швейкин Геннадий Петрович – академик РАН, советник РАН, лаборатория тугоплавких соединений Института химии твердого тела УрО РАН.

Область научных интересов - неорганическая химия тугоплавких карбидов и нитридов переходных металлов, нанокристаллические материалы, золь-гель технологии.

Автор 1002 публикаций.

Возможности современных вычислительных средств и методов машинной графики стимулируют развитие новых направлений в разработке методов формирования “реалистичных изображений”. Речь идет об изображениях, которые можно наблюдать визуально с помощью оптических или оптоэлектронных устройств. Необходимость в создании такого типа изображений возникает в тех случаях, когда это может быть использовано для оценки качества сканирования трехмерного объекта, либо для получения дополнительной информации о пространственных характеристиках объекта. В этом случае формирование трехмерного (3-D) изображения должно обеспечивать передачу всей совокупности особенностей объекта: объемность, расположение деталей, полутона, текстура поверхности и т. д. [1].

Применительно к микроскопии методика построения 3-D изображения микрообъекта имеет свои особенности относительно методов машинной графики, обусловленные спецификой процесса формирования изображения в микроскопе.

Основным отличием является то обстоятельство, что для систем машинной графики источником входной информации являются не сами физические объекты, а их математические модели. Общим же для всех систем, формирующих 3-D изображения, является отображение объекта в виде синтезированного 3-D изображения на экране дисплея. При этом обрабатывающие программы должны передавать ощущение глубины пространства, пространственной формы и структуры объектов. Определяющим при этом является уровень соответствия (подобия) синтезируемого изображения оригиналу.

К наиболее наглядным и прямым методам визуализации 3-D параметров микро- и нанообъектов, относятся методы растровой электронной микроскопии (РЭМ) и сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ): туннельной (СТМ) и атомно-силовой (АСМ) [2, 3]. Методы СЗМ, в отличие от РЭМ, позволяют непосредственно в процессе сканирования поверхности исследуемого объекта создавать ее трехмерный образ, однако диапазон измеряемого перепада высот (± 1 мкм), а также размер поля сканирования (менее 50×50 мкм²), существенно меньше чем у РЭМ, для которого они составляют сотни микрон.

Для того чтобы получить наиболее полную информацию об исследуемом объекте с помощью РЭМ, необходимо иметь четкое представление о процессе формирования изображения, включая:

- 1 - принцип сканирования, используемый для построения изображения;
- 2 - природу механизмов формирования контраста, возникающих из-за взаимодействия электронного пучка с образцом;
- 3 - характеристики регистрирующих детекторов и их выходных сигналов;
- 4 - влияние на качество окончательного изображения предварительной обработки сигналов.

Кажущаяся простота интерпретации изображений объектов с шероховатой поверхностью, понятная даже для людей, незнакомых с работой РЭМ, может зачастую содержать гораздо больше информации, чем видит глаз. Поэтому, чтобы быть уверенным, что изображение правильно сформировано и синтезировано с помощью компьютера, необходимо иметь четкое представление о процессе его формирования [4].

Электронная оптика РЭМ позволяет сформировать электронный пучок, который характеризуется тремя параметрами: ток пучка ($10^{-12} \div 10^{-6}$ А), диаметр пучка (1 нм \div 1 мкм) и угол схождения ($10^{-4} \div 10^{-2}$ ср.). Соотношение между ними дает уравнение для яркости видеосигнала. Контрастность видеосигнала можно определить, как разность между максимальным и минимальным сигналами яркости деленную на максимальный сигнал яркости.

При сканировании электронного пучка по поверхности образца внутри области взаимодействия происходит как упругое, так и неупругое рассеяние, в результате чего в детекторах возникают сигналы за счет упругих (отраженных),

вторичных и поглощенных электронов, характеристического и непрерывного рентгеновского излучения, катодoluminesцентного излучения [4-7]. Детекторы и видеосистема РЭМ преобразует эти сигналы в пропорциональный сигнал яркости на экране монитора. Поэтому, на экране можно наблюдать только монохромное (одноцветное) изображение в градациях “серого”. Следовательно, синтезированное изображение, полученное с помощью РЭМ, должно соответствовать оригиналу только, как модель одноцветного зрения [8].

Видеосистема РЭМ синтезирует двухмерное изображение, в котором теряется информация, определяемая бинокулярным зрением. Она способна воспроизводить лишь условия монокулярного наблюдения. Объемность изображения оригинала воспринимаются благодаря характеру теней, изменению тона, загромождению одних объектов другими и линейной перспективе. Существенное значение для восприятия объема и пространства изображения, полученного с помощью РЭМ, имеет опыт наблюдателя, благодаря которому объемная структура может быть “достроена”.

Максимальное приближение к оригиналу можно обеспечить, если математически создать модель съемки, т. е. обрабатывающая программа должна учесть расположение объекта относительно первичного электронного пучка и регистрирующих детекторов, геометрическую форму объектов, их взаимное положение, условия энергетического подбора, размер и положение теней и т. д. [1].

В данной работе предлагается методика комплексного использования РЭМ и СЗМ (СТМ и АСМ) для формирования 3-D изображения поверхности исследуемых с большой протяженностью (>100 мкм) и шероховатостью (>1 мкм) объектов.

Первоначально рассмотрим способ моделирования 3-D изображения, полученного методом РЭМ. Для формирования 2-D изображения использовался парносимметричный детектор РЭМ BS-301 Tesla в режиме A+B. Контрастность и яркость такого изображения пропорциональны изменению высот деталей рельефа относительно базового уровня, что соответствует фронтально освещенному объекту оптического изображения (рис. 1, а) [4-7]. Организация цифрового образа двухмерного (2-D) изображения осуществлялась при помощи контроллера ввода изображения с РЭМ в персональный компьютер (ПК) [6]. Данный контроллер разработан в Институте химии твердого тела УрО РАН и позволяет вводить в ПК изображение с РЭМ за один кадр сканирования (оптимальный размер кадра 1900×1500 пиксель). Для создания 3-D изображения (рис. 1, б) введенного в ПК с РЭМ 2-D изображения дополнительно использовались сканирующий зондовый микроскоп СММ-2000Т и пакет программ Scan Master (www.zproton.ru).

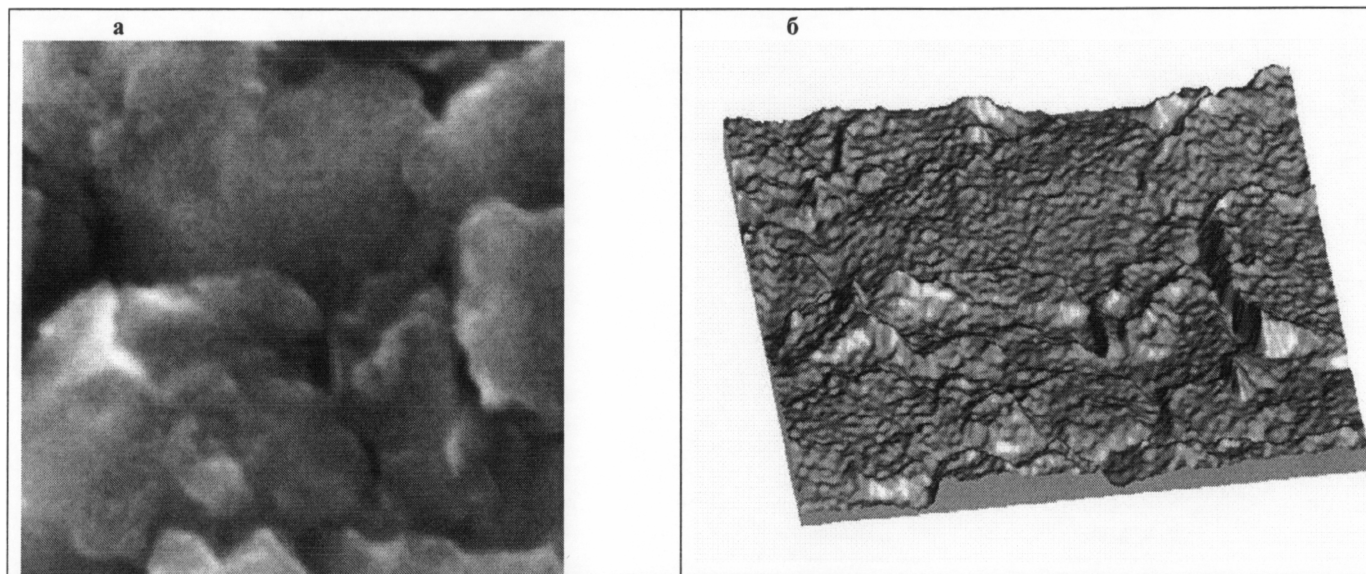


Рис. 1. Пример формирования трехмерного изображения микрорельефа поверхности: а) 2-D изображение 12×12 мкм поверхности кермета, РЭМ, увеличение 5000; б) 3-D изображение поверхности кермета, сформированное по его 2-D изображению с тем же увеличением. Для создания 3-D изображения дополнительно использовался пакет программ Scan Master сканирующего зондового микроскопа СММ-2000

Так как поле сканирования СЗМ было значительно меньше поля сканирования РЭМ, то, первоначально, для получения точных количественных характеристик шероховатости поверхности определялись среднеквадратичная шероховатость (R_q) и максимальная высота профиля (R_{max}) 3-D изображений полученных на СЗМ в наиболее характерных участках исследуемой поверхности.

В дальнейшем, критерием для выбора увеличения при съемке на РЭМ являлось получение «представительного» вида изображения поверхности образца. Иначе говоря, увеличение выбиралось таким образом, чтобы хорошо были видны особенности микрорельефа поверхности, а характер их расположения на поверхности был бы равномерен и соответствовал среднему удельному значению их плотности относительно площади поверхности.

Программа Scan Mast позволяет преобразовывать 2-D изображение в цифровом формате BMP в градациях серого (монохромное изображение) в 3-D изображение, если предварительно заданы максимальные параметры (x , y , z) трехмерного образа изображения.

Параметры x и y задавались увеличением при съемке на РЭМ, а для определения параметра z использовались данные R_{max} , полученные на СЗМ. Кроме того, данные R_q и R_{max} использовались для корректировки при преобразовании 2-D изображения с РЭМ в 3-D программой Scan Master путем сравнения и подгонки параметров, получаемых при данном преобразовании с данными СЗМ анализа шероховатости образца [7].

Для большей наглядности в пояснении метода построения 3-D изображения по 2-D изображению, полученному с помощью РЭМ, на рис. 2 приведено изображение полимерной мембраны с напылением проводящего TiN – покрытия, полученные с помощью СЗМ АСМ (рис. 2, а и 2, б) и РЭМ (2, в; 2, г и 2, д).

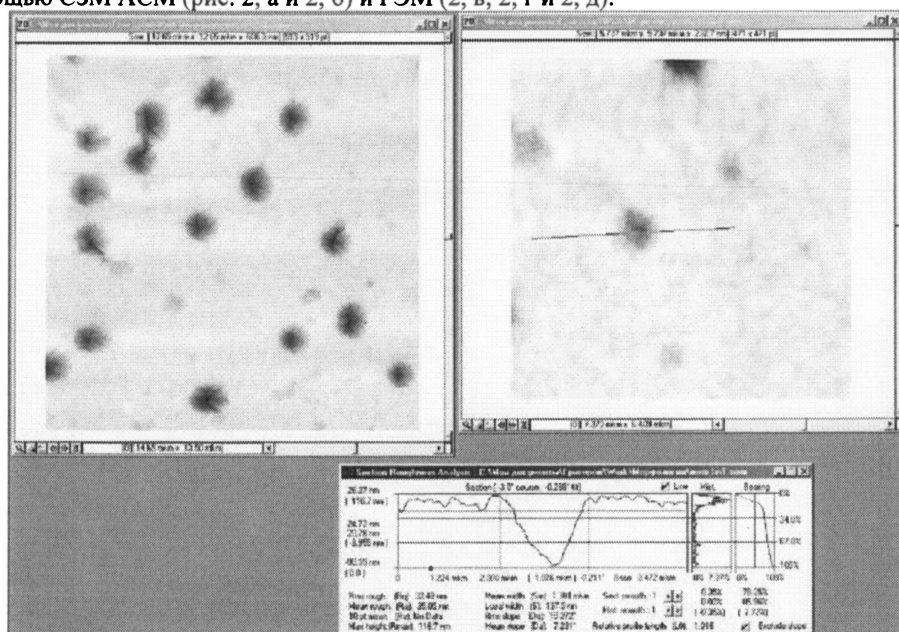


Рис. 2, а. Пример формирования трехмерного изображения поверхности полимерной трековой мембраны: показаны 2-D изображения размерами 12.65x12.65 мкм и 5.737x5.737 мкм поверхности полимерной мембраны с порами 1 мкм и покрытием из TiN, время напыления 20 с. На 2-D изображение размером 5.737x5.737 мкм проведена линия через одну из пор. В нижней части рисунка показан профиль поверхности этой линии. Все изображения получены с помощью СЗМ SMM 2000A и программы Scan Master.

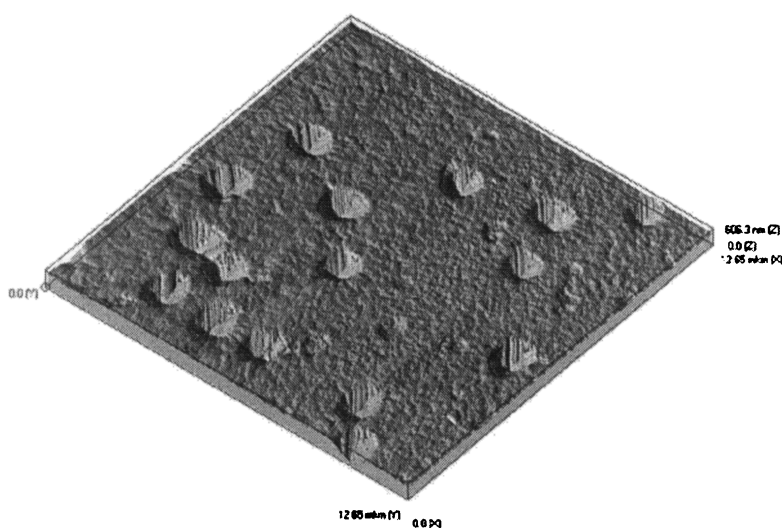


Рис. 2, б. Пример формирования трехмерного изображения поверхности полимерной трековой мембраны: 3-D изображение поверхности полимерной мембраны с порами 1 мкм и покрытием из TiN. Для создания 3-D изображения использовалась функция программы Scan Master.

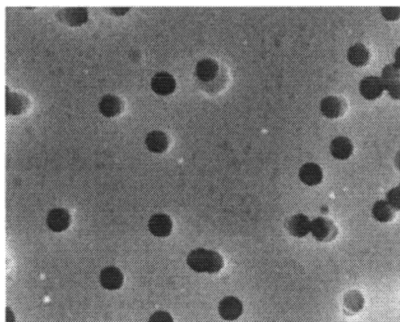


Рис. 2, в. Пример формирования трехмерного изображения поверхности полимерной трековой мембраны: 2-D изображение 38х30 мкм поверхности полимерной мембраны с порами 3 мкм и покрытием из TiN, время напыления 20 сек. РЭМ, увеличение 5000.

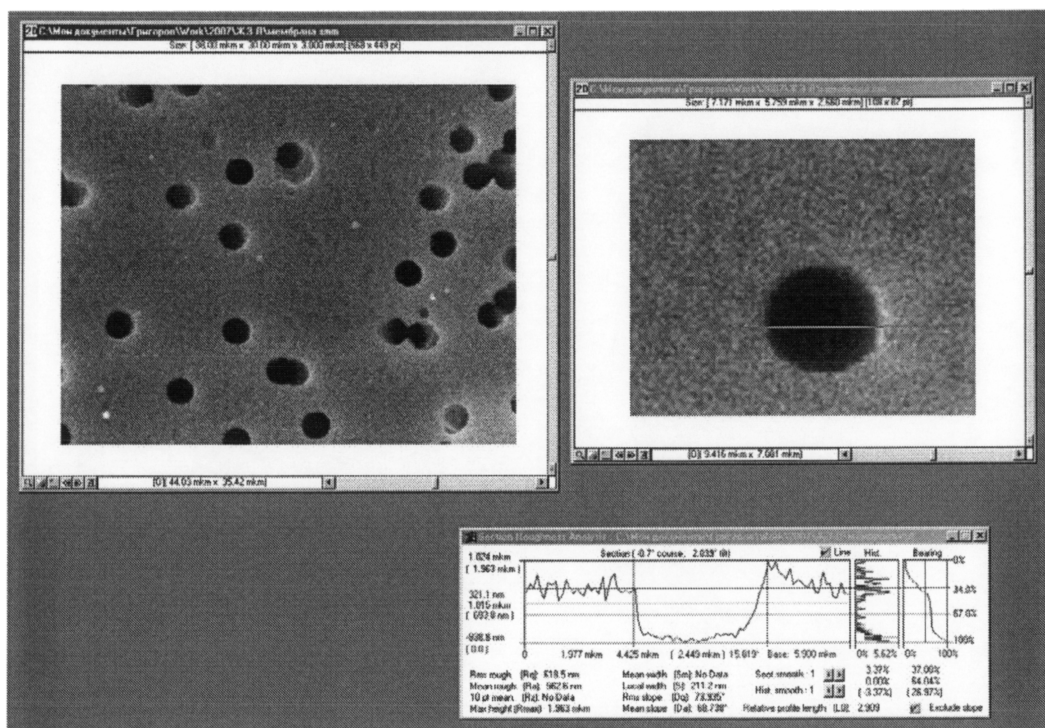


Рис. 2, г. Пример формирования трехмерного изображения поверхности полимерной трековой мембраны: показаны 2-D изображения размерами 38х30 мкм (РЭМ, рис. 2в) и 7.171х5.759 мкм поверхности полимерной мембраны с порами 3 мкм и покрытием из TiN. 2-D изображение размером 7.171х5.759 мкм поверхности получено путем копирования с увеличением фрагмента с порой из изображения 38х30 мкм. В нижней части рисунка показан профиль поверхности линии, проведенной через пору на 2-D изображение размером 7.171х5.759 мкм. Все изображения получены с помощью программы Scan Master.

Сравнивая 3-D изображения поверхности мембран, полученных с помощью СЗМ (рис 2, б) и РЭМ (рис. 2д) можно отметить, что трехмерное изображение формы пор на этих рисунках имеет отличие. Это отличие хорошо видно по характеру кривой профиля пор (рис. 2, а и 2, г), где из-за конструктивных особенностей кантилевера [3] изображение сквозной поры в АСМ выглядит в виде кратера с пологими краями (рис. 2, а).

В остальном же, 3-D изображения поверхности мембран, полученные с помощью СЗМ и РЭМ с использованием программы Scan Mast, имеют схожий вид, что позволяет считать предлагаемый способ для построения цифровых 3-D образов трехмерных поверхностей с протяженностью и шероховатостью в сотни микрон.

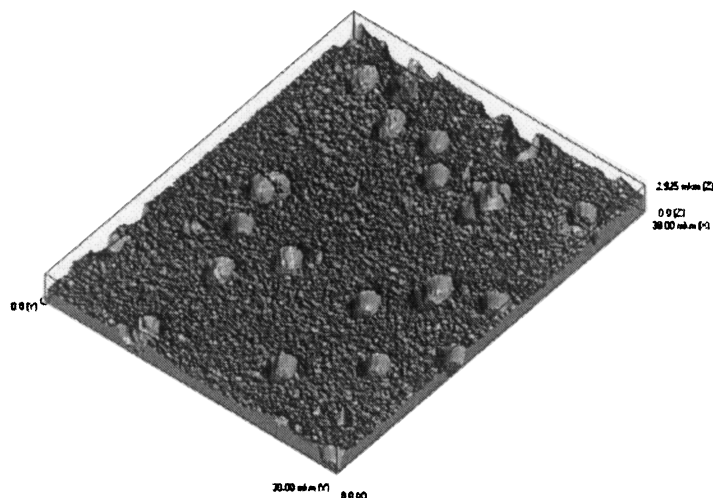


Рис. 2, д. Пример формирования трехмерного изображения поверхности полимерной трековой мембраны: 3-D изображение поверхности полимерной мембраны с порами 3 мкм и покрытием из TiN. Для создания 3-D изображения использовалась функция программы Scan Master.

ЛИТЕРАТУРА

1. Иванов В. П. Трехмерная компьютерная графика / В. П. Иванов, А. С. Батраков. М.: Радио и связь, 1995. 224 с.
2. Барндо Д. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля / Д. Барндо, У. Каплан. М.: Техносфера, 2004. 384 с.
3. Миронов В. Основы сканирующей зондовой микроскопии. М.: Техносфера, 2004. 144 с.
4. Гоулдстейн Дж. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ / Дж. Гоулдстейн, Д. Ньбери, П. Эчлин и др.: В 2 т. М.: Мир, 1984. Т. 1. 303 с.
5. Кальнер В. Д. Практика микронзондовых методов исследования металлов и сплавов / В. Д. Кальнер, А. Г. Зильберман. М.: Metallurgiya, 1981. 216 с.
6. Физическое металловедение / Под ред. Р. У. Кана и П. Хаазена: В 3 т. М.: Metallurgiya, 1987. Т. 1. 640 с.
7. Гаранин В. К. Применение электронно-зондовых приборов для изучения минерального вещества / В. К. Гаранин, Г. П. Кудрявцева. М.: Недра, 1983. 216 с.
8. Прэтт У. Цифровая обработка изображений: В 2 т. М.: Мир, 1982. Т.1. 312 с.
9. Григоров И.Г. Изучение особенностей микроструктуры и физико-механических характеристик сплавов на основе карбонитрида титана методом цифровой растровой микроскопии. Автореф. дис. ... канд. хим. наук. Екатеринбург, 2002. 31 с.
10. Строшков В.П. Высокоточное электрохимическое формообразование сложного профиля инструмента для деталей машин / В.П. Строшков, В.А. Пшеничников, В.Л. Кожевников. Екатеринбург: Изд. УрО РАН, 2005. 212 с.

JOINST USE OF SCANNING ELECTRON AND PROBE MICROSCOPY

Grigorov I.G., Khlebnikov N.A., Borisov S.V., Polyakov E.V., Zaynulin Yu.G., Shveikin G.P.

New possibilities of real object three-dimensional digital image formation are described in details in the paper. In accordance with the approach, the image of micro-relief of the object surface is being formed as a result of processing of the signals from scanning electron microscopy of the object accompanied by three-dimensional transformation correction by means of scanning probe microscopy.

Keywords: Scanning Electron Tunneling Atomic Force Probe Microscopy